

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-232509

(43)Date of publication of application : 02.09.1998

(51)Int.Cl.

G03G 9/087

G03G 9/08

G03G 9/09

(21)Application number : 09-350428

(71)Applicant : CANON INC

(22)Date of filing : 19.12.1997

(72)Inventor-: AYAKI YASUKAZU  
FUKUI TETSURO  
BABA YOSHINOBU  
IKEDA TAKESHI  
ITABASHI HITOSHI

(30)Priority

Priority number : 08340760

Priority date : 20.12.1996

Priority country : JP

## (54) ELECTROSTATIC CHARGE IMAGE DEVELOPING TONER AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an electrostatic charge image developing toner which has minute grain size and narrow grain size distribution and simultaneously satisfies both high picture quality and low temp. fixation of the picture.

SOLUTION: In the electrostatic charge image developing toner containing at least a colorant and a binding resin, the toner contains 0.1 to 15 pts.wt. colorant per 100 pts.wt. binding resin, number average particle size (Dn) is 0.5 to 6.0 $\mu$ m, grain size distribution index (Dv/Dn) is 1.0 to 1.3, variation coefficient of number distribution is 20%. Further, the toner contains 0.1 to 5wt.% methanol-soluble resin component extracted by a first Soxhlet extraction by methanol, 50 to 99wt.% THF-soluble resin component extracted by a second Soxhlet extraction by tetrahydrofuran(THF) after the first Soxhlet extraction by methanol and a relation between maximum glass transition point of the methanol-soluble resin component (Tg2) and maximum glass transition point of the THF-soluble resin component (Tg1) satisfies formulas:  $0 < Tg2 - Tg1 \leq 150(^{\circ}C)$ ,  $Tg1 \leq 50(^{\circ}C)$ .

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 07.12.2000

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 04.02.2003

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3486548

特開平10-232509

(43) 公開日 平成10年(1998)9月2日

(51) 品名 G03G	(52) 機形記号 9/087 9/08 9/09	(53) 出願番号 特願平9-360428	(54) 出願日 平成9年(1997)12月19日	(55) 出願人 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(56) 発明者 榎本 保和 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(57) 発明者 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(58) 発明者 福井 智樹 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(59) 発明者 キヤノン株式会社 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(60) 発明者 岡崎 泰雄 東京都大田区下丸子3丁目30番2号	(61) 代理人 井澤士 茂樹 (外1名) 特許代理人に接ぐ
-----------------	------------------------------------	--------------------------	------------------------------	---	--	---	--	---	--	--------------------------------------

(54) 銅田の名歌 鈴重茂雄 銅田用トナー及びその製造方法

**【要約】(57)**

【原因】 画像の高画質化と低遅延性を同時に満足する微粒粒かつ粒度分布が狭い超純荷役受給用トナーを提供することである。

【解決手段】 本発明は、少なくとも青色光刺激及び緑色光刺激を含有する熱電変色型液状トナーを用いて、液状トナーは、結着剤と100重量部に対して着色剤を0.1乃至1.6重量部含有し、磁気平均粒子径(D<sub>50</sub>)が0.5乃至6.0μmであり、粒度分布指数(D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>)が1.0乃至1.3であり、磁気分布の変動係数が20%以下であり、液状トナーは、メタノールによる第1のソックスレー抽出により抽出されるメタノール可溶組成成分を0.1乃至5重量%含有し、メタノールによる第1のソックスレー抽出のおとメタヘキサブロマラン(T<sub>H</sub>)により抽出されるメタノール可溶組成成分を5.0乃至89重量%含有し、メタノール可溶組成成分の最大ガラス転移点(T<sub>g1</sub>)の温度を下記式を満足することと特徴とする。

$$0 < T_{B2} - T_{B1} \leq 180 \text{ (}^{\circ}\text{C)}, T_{B1} \geq 50 \text{ (}^{\circ}\text{C)}$$

2007年 3月 7日 14時54分

光緒國策特許事務所

NO. 5851

(2)

【特作建築の範疇】

【請求項1】 少なくとも着色剤及び接着樹脂を含有する静電荷像現像用トナーであって、

酸トナーは、結着剤100重量部に対して着色剤を0.1重量部乃至1.5重量部含有し、固相平均粒径径(D<sub>n</sub>)が0.5μm乃至8.0μmであり、粒度分布指数(D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>)が1.0乃至1.3であり、固相分布の運動係数が20%以下であり、

炭トナーは、メタノールにより第1のソックスレー抽出により抽出されるメタノール可溶抽出成分を0.1重量%乃至5重量%で含有し、メタノールによる第1のソックスレー抽出のあとにテトラヒドロフラン (THF) のソックスレー抽出により抽出されるTHF可溶抽出成分を50重量%乃至99.9重量%含有し、メタノール可溶抽出成分の最高ガラス転移点 ( $T_g$ ) とTHF可溶抽出成分の最大ガラス転移点 ( $T_{g1}$ ) の関係が下記式

$0 < T_{g2} - T_{g1} \leq 150$  (°C)、 $T_{g1} \geq 50$  (°C) を満足することを特徴とする静電荷像現像用トナー。

【要求項2】 炭ナノーは、個数平均粒子径  $\langle D_n \rangle$  が  $1\ \mu\text{m}$  乃至  $5\ \mu\text{m}$  であり、粒度分布指数  $(D_w/D_n)$  が 1.0乃至 1.2、個数分布の変動係数が 18%以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の静電荷電現象用ナノー。

【請求項3】 酸トナーは、該TFF可溶樹脂成分のGPCによるポリスチレン標準の分子量分布において、分子量2000乃至100000の領域に極大値を有し、分子量200乃至1000の成分を3重量%以下含有することを特徴とする請求項1又は2に記載の特許領域型使用トナー。

【請求項4】 放メタノール可溶解相成分は、活性基を有する樹脂を含有していることを特徴とする請求項1乃至3のいずれかに記載の静電荷像現像用トナー。

【請求項5】 被トナーは、(1)重合用樹脂に溶解可能な、かつ重合により生成する重合体は、重合用重合剤中に溶解し、重合性単量体、及び、(11)該重合用重合剤に溶解しない重合性単量体、及び、(12)該重合用重合剤に溶解し、重合性単量体と重合して得られたトナー粒子を含む、該重合性単量体を重合して得られたトナー粒子表面近傍に含有されていることと、重合性単量体を重合して得られたトナー粒子表面近傍に含有されていることとを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1に記載の電荷電着装置。

【解説例5】 (1) 重合用脂質に溶解可能であり、かつ重合により生成する重合体は、該重合用脂質に溶解しない重合性単体、及び、(11) 該重合用脂質に可溶化反応生成物に溶解して重合用脂質に溶解して重合性単体を該重合用脂質を該重合性単体を重合して重合体を形成する工程、該重合反応中、該重合性単体を重合して重合体を形成する工程、

は重合粒子を洗淨用溶媒で洗淨する工程、及び洗淨さ

れた重台粒子からトナーを生成する工程を有する付着荷  
使現用トナーの製造方法であつて、

吹置合用容器が、(i)メタノール、エタノール又はそれらの混合物の重量%乃至99.9重量%及び(i)水を少なくとも含有する混合用混合容器であり、  
使用用溶媒が、(ii)下式(1)

$C_n H_{2n+1} OH$  (1)  
(式中、 $n$ は1〜6の整数を示す)に示される飽和アル  
コール30重量%以上及び(v)水を少なくとも含有  
する洗滌用混合液であり

得られたトナーは、少なくとも1種着色剤及び結着剤を含  
有しており、該トナーは、許容樹脂100重量部に対して着色剤を  
0.1重量部乃至15重量部含有し、個数平均粒子径  
( $D_n$ )が0.5 $\mu\text{m}$ 乃至8.0 $\mu\text{m}$ であり、体積分布  
指数 ( $D_w/D_n$ )が1.0乃至1.3であり、個数分  
布の変動係数が20%以下であり、

該トナーは、メタノールによる第1のソックスレー抽出により抽出されるメタノール可溶樹脂成分を0.1重量%乃至5重量%含有し、メタノールによる第1のソックスレー抽出のおとデトヒシロフラン (THF) による第2のソックスレー抽出により抽出されるTHF可溶樹脂成分を5.0重量%乃至9.9重量%含有し、メタノール可溶樹脂成分の最高ガラス転移点 ( $T_{g2}$ ) とTHF可溶樹脂成分の最大ガラス転移点 ( $T_{g1}$ ) の関係が下式を満足する。

 $0 < T_{g2} - T_{g1} \leq 150 \text{ (}^\circ\text{C)}, T_{g1} \geq 50 \text{ (}^\circ\text{C)}$  を満足する二種以上とすることの習知方法

【請求項7】 炭素粉用溶媒が、0.1重量%乃至70重量%の水を含有していることを特徴とする請求項6に  
記載のトナーの製造方法。

【請求項8】 該洗淨工程において該洗淨用溶媒で洗淨した後、最後に水で洗淨する第2の洗淨工程を有することと特徴とする請求項6又は7に記載のトナーの製造方法。

【請求項9】 該トナーは、個体平均粒子径 ( $D_n$ ) が  $1\mu m$  乃至  $5\mu m$  であり、粒度分布指数 ( $D_v/D_n$ ) が 1.0乃至1.2、個体平均の炭素質炭が18%以下であることを特徴とする請求項6乃至8のいずれかに記  
載のトナーの製造方法。

【請求項10】 該トナーは、該HTP可溶剤組成分のG1Cによるポリスチレン換算の分子重分布において、分子重20000乃至100000の領域に最大値を有し、分子重200乃至1000の成分を3重量%以下含有することを特徴とする請求項6乃至9のいずれかに記載のトナーの製造方法。

電のトナーの製造方法。

【請求項12】 灰トナーを生成する工程は、灰塵合粒







15

1. ソルベントマイオレット37, C. I. ソルベント  
ブルー22, C. I. ソルベントブルー63, C. I.  
ソルベントブルー78, C. I. ソルベントブルー8  
3, C. I. ソルベントブルー84, C. I. ソルベン  
トブルー85, C. I. ソルベントブルー86, C.  
1. ソルベントブルー104, C. I. ソルベントブル  
ー191, C. I. ソルベントブルー194, C. I.  
1. ソルベントブルー195, C. I. ソルベントグリーン  
24, C. I. ソルベントグリーン25, C. I. ソル  
ベントブラウニング, C. I. ソルベントブラウン8の如  
き発色剤が挙げられる。

【0061】市販染料としては、例えば、三酸化成のダ  
イエージンYellow-3G, Yellow-F, Yel  
low-H2G, Yellow-HG, Yellow  
-HC, Yellow-HL, Orange-HS,  
Orange-G, Red-GG, Red-S, Red  
-HS, Red-A, Red-K, Red-H5B, V  
iolet-D, Blue-J, Blue-G, Blu  
e-N, Blue-K, Blue-P, Blue-H3  
e, Blue-4G, Green-C, Brown-A  
や、保土社化学の藍染SO5染料 Yellow-  
1, Yellow-3, Yellow-4, Orange  
-1, Orange-2, Orange-3, Scar  
let-1, Red-1, Red-2, Red-3,  
Brown-2, Blue-1, Blue-2, Vio  
let-1, Green-1, Green-2, Gre  
en-3, Black-1, Black-4, Blac  
k-8, Black-8や、オリエント化学工業のオイ  
ルブラック、オイルカラーYellow-3G, Yel  
low-GG-S, Yellow-#105, Oran  
ge-PS, Orange-PR, Orange-#2  
01, Scarlet-#308, Red-5B, Br  
own-GR, Brown-#416, Green-B  
G, Green-#502, Blue-DOS, Blu  
e-JIN, Black-H8H, Black-#80  
3, Black-EB, Black-EX, 佐久化学工  
業のスミブラストブルーGP, ブルOR, レッド  
FB, レッド3B, イエローFL7G, イエローGC  
や、日本化薬 カロナン ポリエステル ブラックEX  
-SP300, カラーセットRed B, ブルーA-2R  
が挙げられる。

【0062】さらに本発明のトナーでは着色剤として硫  
性色素を利用し、油性トナーを得ることできる。

【0063】本発明に使用する書画開始剤としては、従  
来知られているいかなるものでも使用することができ  
る。かかる書画開始剤としては例えば、ラジカル重合性  
の開始剤として、2, 2'-アゾビス- (2, 4-ジメ  
チルペン1, 1'-アゾビス (シクロヘキササン-1-  
カルボニトリル) 2, 2'-アゾビス-4-メチルキ  
ン

2, 4-ジメチルパレノニトロニトリ等のアゾ系もしくはアザン系重合開始剤; 2, 2'-アゾンビス-(2-アミズジアプロパン) ジクロロクロリド、2, 2'-アゾビス(N, N'-ジメチレンソブチルアルミジン)、2, 2'-アゾビス(N, N'-ジメチレンイソブチルアルミジン)、2, 2'-アゾビス(N, N'-ジメチレンシクロヘキシルアルミジン)等のアミン化合物; ペンソイルパーオキシライド、メチルエチルケトンパーオキシライド、ジソプロピルパーオキシカーボネート、クメンヒドロパーオキシライド、2, 4-ジクロロペンソイルパーオキシライド、ラウロイルパーオキシライド等の過酸化物系重合開始剤; 及び遷移族カリウム、過酸アンモニウムと塩との過酸化物質類及び上述した開始剤の混合物とを挙げることができ。

[0064] アニオン重合性の開始剤としては、例えば、 $\text{SnCl}_4$ ,  $\text{BF}_3$ ,  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{TlCl}_3$  を使用することである。

[0065] カチオン重合性の開始剤としては、例えば、 $\text{SnCl}_4$ ,  $\text{BF}_3$ ,  $\text{AlCl}_3$ ,  $\text{TlCl}_3$  を使用することである。

[0066] 本発明においては公知の連鎖移動剤、異体間的には四塩化炭素、四氯化炭素、二臭化酢酸エチル、臭化酢酸エチル、二臭化エチルベンゼン、二臭化エタン、二臭化エタンの如きハロゲン化炭水素; ジアソチオエーゼン、エチルベンゼン、イソプロピルオキシールの如き炭化水素類; タージェードデシルブチルカブタン、n-ドデシルメルカプタンの如きメルカプタン類; ジイソプロピルギンタントジスルフィドの如きジスルフィド類を加することもできる。

[0067] 本発明のトナーは、帯電性を付与する目的で荷電制御剤を添加することもできる。荷電制御剤としては、通常トナーに使用される公知の正荷電制御剤もしくは負荷電制御剤のいずれのものであっても使用するこ

とができる。荷電制御剤としては、例えば、ニグロシン系染料、トリフェニルメタン系染料、四硫アンモニウム系染料、アミン系あるいはイミノ系化合物、サリチル酸又はアルキルサリチル酸の金属塩類、含金モノアゾ系染料、カルボキシリル基又はスルホカルビル基を有する化合物、ニトロベンゼン等のフミン酸及びフミン酸類の導体を挙げることができる。

[0068] 本発明のトナーは、流動性、帯電性を向上させる目的で種々の外添剤を添加することができる。外添剤としては、通常トナーに使用される公知のいかなる外添剤でも用いることができる。外添剤としては、例えば、シリカ、酸化チタン、アルミナの如き粉体があ

る。本発明のトナーに好ましく使用される外添剤として、BETが $300\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものであれば、BETが $300\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものが挙げられる。

17

300 m<sup>2</sup>/g未満でも使用は可能であるが、微小粒径に加え、粒度分布がシブナキもの均一な表面状態を呈し、荷重を負担に行うために必要である。

[00089] 本発明のトナーは、キャリア粒子と混合して二成分系現像剤として使用することでもできる。キャリアとしては、炭酸、マグネサイト、フェライト、活性体分散樹脂、キャリアの加水蒸気量に依るもののキャリアを用いてできる。好ましくは、その層軟平均粒径が30 μm以下であることがトナーに十分な電荷を付与するために必要である。

[0070] 本発明で使用する測定方法について説明する。

[0071] (1) トナーのゾックスレス率抽出法による可溶樹脂成分の抽出  
図1に示すゾックスレス率抽出器により可溶樹脂成分の抽出を行う。

[0072] トナー粉末を試料4として10 gを精秤(W<sub>1</sub>)し、内径Bが2.4 mm φの内筒蓋2に入れ、この円筒蓋2と内径Aが3 mm φの抽出管8の中にセットする。

[0073] 次に、解凍メタノール150 gをフラスコ7に入れ、これを容器5中に満たす。抽出管8の上に冷却管1をセットし、水を流す。湯槽の温度を上げ80℃にする。メタノールが蒸発し、冷却管からメタノール液が試料に滴下される。抽出される抽出液はフラスコ中にとまる。20時間抽出した後、フラスコ7中の抽出液をドレカーにとり、減圧下でメタノールを留去させ、残留分(メタノール可溶樹脂成分)の重量を精秤(W<sub>2</sub>)す

(メタノール可溶樹脂成分)の重量% = (W<sub>2</sub>/W<sub>1</sub>) × 100

T H F可溶樹脂成分(重量%) = (W<sub>3</sub>/W<sub>1</sub>) × 100

[0075] (2) T H F可溶樹脂成分の最大ガラス転移点(T<sub>g</sub>)及びメタノール可溶樹脂成分の最高ガラス転移温度(T<sub>g</sub>)は、DSC測定装置(M-DSC TA-インストルメンツ社)を用いて決定する。測定試料は8 mgを精秤する。これをアルミペラ中に入れ、リファレンスとして空のアルミペラを用い、測定温度範囲20℃〜200℃の間で、昇温速度4℃/分で常風置下で測定を行う。このときのモジュレーション振幅±0.6度、周波数1/minで測定する。得られるリバーシブルヒートフロー曲線から最大ガラス転移温度と吸熱による曲線の傾斜との交点の中心値をT<sub>g</sub>とする。製粉の際融れ線が存在する場合には、T H F可溶樹脂成分で最大吸熱部から得られるT<sub>g</sub>をもって最大

18

ガリウム塩基点 ( $T_g$ ) として、ヌメタノール可溶増粘成分では、最高温度を示す  $T_g$  を最高ガラス転移点 ( $T_g$ ) とする。

【0076】 (3) 本発明のトナーの分子量は、GPC測定装置 (HLC-8120GPC 東ソー (株) 装置) を用いて測定する。

【0077】 測定条件

カラム: TSKgel HLM-M ( $6.0 \times 15 \text{ cm}$ ) の2本

温度:  $40^\circ\text{C}$

溶媒: THF

流速:  $0.6 \text{ ml/min}$

検出器: RI

射出液: 1

サンプリング速度:  $0.1\%$  の試料を  $10 \mu\text{l}$

【0078】 サンプル調製は、試料をTHF中に入れ、超音波照射装置した塩分原とし、(試料の含有率がなくなるまで)、さらに2時間静置する。サンプル処理フィルター (ポアサイズ  $0.45 \mu\text{m}$ ) を通過させたものをGPC材料とする。

【0079】 重量測定は、単分散ポリスチレン標準試料により作成した分子重量組成曲線を使用する。得られた分散曲線 ( $\log m$ ) より、分子重量大値を定める。さらに、分子重量  $200 \sim 1000$  迄の累積曲線から、トナー樹脂中に含まれる塩化亜鉛分子重量成分の算出を行う。

【0080】 (4) 本発明に用いるトナー粒子の粒径の測定は、動態光散光径が  $1 \mu\text{m}$  以上のトナーについてはレーザースキャッター型分布測定装置 (CIS-100 GALAI社) を用いて、 $0.4 \mu\text{m}$  から  $600 \mu\text{m}$  の範囲内で粒子別測定を行う。材料は、水  $100 \text{ ml}$  に界面活性剤 (アルキルベンゼンスルホン酸)  $0.2 \text{ ml}$  に加え、攪拌したトナー  $0.5$  乃至  $2 \text{ mg}$  を加え、超音波分散器で2分間分散した後、マグネッタスターを入れたキュービシェセルに水を8秒程度入れ、その中に超微分散した試料をピペットで  $1 \sim 2$  滴添加する。これから得られた体積平均粒径 ( $D_v$ )、個体平均粒径 ( $D_n$ )、個体重量 ( $S.D.$ ) をもとに、個体平均粒径、重量分布指数、変動係数を求める。

【0081】 個体平均粒径が  $1 \mu\text{m}$  未満のトナーについては、静态電子顕微鏡 (FE-SEM-800 B 日立 (株) 所製) を用いて、5000倍の写真を撮り、その写真をもとに水平方向 (X軸) 径を  $0.05 \mu\text{m}$  以上の粒子について、累積  $300$  個以上になるように測定する。その平均をもつて、個体平均粒径とする。この数値を  $CIS-100$  と同様の数式により体積平均粒径、変動係数を求める。

【0082】 (5) 本発明で使用する樹脂組成物の測定方法を記載する。トナーとキャリアを乾燥化するとき、適当な割合量 ( $2 \sim 15$  重量%) となるように配合し、ターバタミキサーで  $180$  秒混合する。この混合粉体 (現像剤) を底部に  $63.5 \text{ Mm}$  の電着スクリーン





(14)

外部定着剤による定着試験を行った。その結果、定着剤 \* [0131] <比較例4> 始温度は135度であった。

- 水 600部
- 1部
- 5部
- 100部
- 35部
- 5部
- 1部
- 2, 2'-アゾビスイソプロピロニトリル

[0132] 上記混合物を反応容器中に投入し、TKH 系メタノール可溶樹脂成分及びTHF可溶樹脂成分のDS モミキサーで12000rpm回転、10分間撹拌し、C測定によりガラス転移温度を測定した結果、THF可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は58度であり、メタノール可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は46度であった。

[0135] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量20800であり、分子重量200乃至1000の成分は8.51重量%であった。

[0136] 得られたトナーを実施例1と同様にして酸化チタン微粉末を添加し、外添トナーを得た。

[0137] この外添トナーに対して、実施例1と同様にキャリアを混合して二成分系現像剤を調製して評価試験を行った。その結果、ハーフトーンの再現性はドットの形状が乱れ、さらに放電後はさらに低下した。

[0138] さらにCLC-500と同じ組成を有する外部定着剤による定着試験を行った。その結果、定着剤THFによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、始温度は135度であった。

[0139] <実施例4> エタノール 570部 30部

- 水
- ビニルフェノール-ブチルメタクリレート (75:25) 共重合体 50部
- 100部
- 35部
- 5部
- 1部
- 10部
- 2, 2'-アゾビスイソプロピロニトリル

[0142] メタノールによる第1のソックスレーによるメタノール抽出を行なった結果、メタノール可溶樹脂成分の割合は、0.8重量%であった。さらに引き抜きHFPによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、THF可溶樹脂成分の割合は97.8重量%であった。THF可溶樹脂成分及びメタノール可溶樹脂成分のDS C測定によりガラス転移温度を測定した結果、THF可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は59度であり、メタノール可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は88度であった。

[0143] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量18200であり、分子重量200乃至1000の成分は0.3重量%であった。

(13)

\* のトナー (粒子) を得た。

[0118] メタノールによる第1のソックスレーによるメタノール抽出を行なった結果、メタノール可溶樹脂成分の割合は、7.6重量%であった。さらに、引き抜きTHFによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、THF可溶樹脂成分の割合は89.7重量%であった。

[0119] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量21500であり、分子重量200乃至1000の成分は0.9重量%であった。

[0120] 得られたトナーを実施例1と同様にして酸化チタン微粉末を添加し、外添トナーを得た。

[0121] この外添トナーに対して、実施例1と同様にキャリアを混合して二成分系現像剤を調製して、評価試験を行った。その結果、ハーフトーンの再現性は良好であり、放電後のドット再現性は良好であった。

[0122] さらにCLC-500と同じ組成を有する外部定着剤による定着試験を行った。その結果、定着剤THFによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、始温度は169度であり、定着開始温度が高かった。

[0123] <比較例3> 600部 100部 100部 35部 5部 1部

[0124] 運送冷却管、温度計、密着導入管、接続的液体をとりつけた5リットルの反応容器に、上記の混合物を投入し、密着をバブリングしながら撹拌をよく混合した。次いで反応容器を撹拌しているオイルバスの温度を70度にして12時間密着剤を撹拌して、密着剤の割合を撹拌した後、分岐の組成成分と成分を撹拌し、液相にはメタノール40重量%、水60重量%の割合で調製した混合溶液を用いた。この操作を1回繰り返して、得られたスラリーを乾燥して、乾燥平均粒子径 (D<sub>n</sub>) の比 (D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>) を、体積平均粒子径 (D<sub>v</sub>) と乾燥平均粒子径 (D<sub>n</sub>) の比 (D<sub>v</sub>/D<sub>n</sub>) が1.09であり、固相分布の変動係数23.0%のメタノール 600部 100部 100部 35部 5部 1部

- ポリメチルビニルエーテル (重量平均分子量15000) 600部
- スチレン 100部
- 100部
- 35部
- 5部
- 1部
- 2, 2'-アゾビスイソプロピロニトリル

[0127] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量23500であり、分子重量200乃至1000の成分は0.8重量%であった。

[0128] 得られたトナーを実施例1と同様にして酸化チタン微粉末を添加し、外添トナーを得た。

[0129] この外添トナーに対して、実施例1と同様にキャリアを混合して二成分系現像剤を調製して、評価試験を行った。その結果、ハーフトーンの再現性は良好であったが、カブリが見られ、さらに放電後のドット再現性に欠けが見られた。評価後のカブリトナーも見られた。評価後の現像剤内の粒子を見るときは現像剤の乾燥が確認できた。

[0130] さらにCLC-500と同じ組成を有するHFP可溶樹脂成分は91.7重量%であった。THF可溶樹脂成分は0.3重量%であった。

(12)

\* のトナー (粒子) を得た。

[0113] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量22000であり、分子重量200乃至1000の成分は0.05重量%であった。

[0114] 得られたトナーを実施例1と同様にして酸化チタン微粉末を添加し、外添トナーを得た。

[0115] この外添トナーに対して、実施例1と同様にキャリアを混合して二成分系現像剤を調製して、評価試験を行った。その結果、ハーフトーンの再現性は良好であったが、放電後のドット再現性に欠けが見られた。

[0116] さらにCLC-500と同じ組成を有する外部定着剤による定着試験を行った。その結果、定着剤THFによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、始温度は142度であった。

[0117] <比較例2> 実施例1と同様にして混合を

[0117] <比較例2> 実施例1と同様にして混合を

- 水
- ビニルフェノール-ブチルメタクリレート (75:25) 共重合体 50部
- 100部
- 35部
- 5部
- 1部
- 10部
- 2, 2'-アゾビスイソプロピロニトリル

[0142] メタノールによる第1のソックスレーによるメタノール抽出を行なった結果、メタノール可溶樹脂成分の割合は、0.8重量%であった。さらに引き抜きHFPによる第2のソックスレー抽出を行なった結果、THF可溶樹脂成分の割合は97.8重量%であった。THF可溶樹脂成分及びメタノール可溶樹脂成分のDS C測定によりガラス転移温度を測定した結果、THF可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は59度であり、メタノール可溶樹脂成分の最大T<sub>g</sub>は88度であった。

[0143] メタノール抽出を行なった後のTHF可溶樹脂成分の分子量を測定した結果、分子分布の最大ピークは分子重量18200であり、分子重量200乃至1000の成分は0.3重量%であった。





